SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 01-2354.5-2006

Cara uji kimia -Bagian 5: Penentuan kadar logam berat kadmium (Cd) pada produk perikanan

ICS 67.050

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Prinsip 1
4 Peralatan 1
5 Pereaksi 2
6 Preparasi contoh 3
7 Prosedur 3
8 Perhitungan 4
9 Pelaporan 5
10 Keamanan dan keselamatan kerja 5
Bibliografi 6

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang Metode Uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini menggantikan SNI 01-2362-1991 Produk perikanan, Penentuan logam berat (Cd, Cu, Zn, Cr, Mg,Mn, Co, Ni, Fe, Ca), yang disusun oleh Panitia Teknis 65-05 Produk Perikanan dalam rangka perbaikan setelah lima tahun yang telah dirumuskan melalui rapat konsensus pada tanggal 25 Nopember 2005 di Jakarta. Dihadiri oleh wakil-wakil produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi serta instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Berkaitan dengan penyusunan Standar Nasional Indonesia ini, maka aturan-aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

1 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 01/MEN/2002 tentang Sistem Manajemen Mutu Terpadu Hasil Perikanan.
2 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 06/MEN/2002 tentang Persyaratan dan Tata Cara Pemeriksaan Mutu Hasil Perikanan yang Masuk ke Wilayah Republik Indonesia.
3 Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 21/MEN/2004 tentang Sistem Pengawasan dan Pengendalian Mutu Hasil Perikanan untuk Pasar Uni Eropa.
4 Data validasii metode pengujian logam Cadmium pada produk perikanan. Laboratorium Kimia BPPMHP 2005.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Cara uji kimia -Bagian 1: Penentuan kadar logam berat kadmium (Cd) pada produk perikanan

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk menentukan kadar logam berat kadmium (Cd) pada produk perikanan.

2 Istilah dan definisi

2.1
air deionisasi *(ultra-pure water*)
air yang mempunyai kualifikasi total organik karbon lebih kecil dari 3 μg/l, daya resistensinya lebih besar atau sama dengan 18 megaohm-cm

2.2
atomisasi
proses pelepasan suatu atom dari suatu senyawa dengan bantuan energi panas

2.3
digesti
proses perombakan jaringan daging dengan bantuan panas dan asam

2.4
produk perikanan
ikan termasuk biota perairan lainnya yang ditangani dan/atau diolah untuk dijadikan produk akhir yang berupa ikan segar, ikan beku dan olahan lainnya yang digunakan untuk konsumsi manusia

3 Prinsip

Unsur logam kadmium (Cd) dilepaskan dari jaringan bahan dengan cara digesti kering (pengabuan) pada suhu 450°C. Logam dalam abu selanjutnya diikat dalam asam klorida (HCl) 6 M dan asam nitrat (HNO_3) 0.1 M secara berurutan. Larutan yang dihasilkan selanjutnya diatomisasi menggunakan *graphite furnace-argon.* Atom – atom unsur Cd berinteraksi dengan sinar dari lampu katoda Cd (*Hallow Cathode Lamp*). Interaksi tersebut berupa serapan sinar yang besarnya dapat dilihat pada layar monitor spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrofotometer)*). Jumlah serapan sinar sebanding dengan konsentrasi unsur logam Cd tersebut.

4 Peralatan

a) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 g;
b) Cawan petri ukuran 15 mm x 100 mm*;
c) Cawan porselen bertutup*;
d) Botol *polypropylene*;*
e) Pisau*;
f) Blender/ homogenizer;
g) Sendok plastik*;

h) Desikator;
i) Oven.
j) *Refrigerator;*
k) Tungku pengabuan (*furnace);*
l) *Hot plate;*
m) Pipet volumetrik kapasitas 10 ml, 5 ml dan 1 ml*;
n) Corong plastik*;
o) Mikropipet*;
p) Pipet tetes*;
q) Gelas ukur kapasitas 25 ml dan 50 ml*;
r) Labu takar kapasitas 50 ml (*polypropylene*) dan 1000 ml*;
s) Beaker kapasitas 25 ml, 100 ml dan 250 ml*;
t) Wadah *polystyrene;*
u) Alumunium foil;
v) Seperangkat alat spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dilengkapi dengan *Graphite furnace.*

CATATAN* Peralatan yang digunakan harus terlebih dahulu direndam dalam HNO_3: air deionisasi (1 : 9) kemudian dibilas dengan air deionisasi

5 Pereaksi

a) HCl 37 %.
b) HCl 6 M. Encerkan 500 ml HCl 37 % dengan air deionisasi ke dalam labu takar 1000 ml dan tepatkan.
c) HNO_3 65 %.
d) HNO_3 0,1 M. Encerkan 7 ml HNO_3 65 % dengan air deionisasi ke dalam labu takar 1000 ml dan tepatkan.
e) $Mg(NO_3)_2.6H_2O$.
f) Larutan $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ 2 mg/ml. Timbang 0,17 g $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ larutkan dengan air deionisasi di dalam beaker glass setelah larut dengan sempurna pindahkan ke dalam labu takar 50 ml dan tepatkan.
g) $NH_4H_2PO_4$.Larutan $NH_4H_2PO_4$ 40 mg/ml .Timbang 2,42 g $NH_4H_2PO_4$ larutkan dengan air deionisasi di dalam beaker glass setelah larut dengan sempurna pindahkan ke dalam labu takar 50 ml dan tepatkan.
h) Larutan standar kadmium
 - Larutan standar primer 1000 mg/l
 - Larutan standar sekunder pertama (i) : 10 mg/l
 Pipet 1 ml dari larutan standar primer 1000 mg/l, masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene*
 - Larutan standar sekunder kedua (ii) ; 1 mg/l
 Pipet 5 ml dari larutan standar sekunder pertama (i) masukkan ke dalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene*
 - Larutan standar sekunder ketiga (iii) : 100 ug/l
 Pipet 5 ml dari larutan standar sekunder kedua (ii) masukkan ke dalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 minggu di dalam botol *polypropylene*
 - Larutan standar kerja (2 *ug/l*, 5 ug/l, dan 10 ug/l)
 Pipet 2 ml, 5 ml, dan 10 ml dari larutan standar sekunder ketiga (iii), masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M, sampai tanda batas. Larutan standar kerja ini dibuat ketika akan melakukan analisa.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

6 Preparasi contoh

6.1 Produk kering

Lumatkan/haluskan contoh dengan alat pelumat dan sejenisnya hingga menjadi partikel kecil. Tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan bertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisa, simpan contoh dalam suhu ruang sampai saatnya untuk dianalisa.

6.2 Produk basah

Lumatkan/haluskan contoh hingga homogen dan tempatkan homogenat dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan bertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisa, simpan contoh dalam *freezer* sampai saatnya untuk dianalisa. Pastikan contoh masih tetap homogen sebelum ditimbang jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka dilakukan blender ulang sebelum dilakukan analisa.

7 Prosedur

7.1 Tahap pengeringan produk basah

7.1.1 Beri label pada cawan petri, tutup separuh dari permukaan cawan petri dengan alumunium foil untuk mengurangi kontaminasi dari debu selama pengeringan, selanjutnya masukkan ke dalam oven pada suhu 103°C $\pm$ 1°C selama 2 jam.

7.1.2 Setelah kering pindahkan cawan petri ke dalam desikator selama 30 menit, kemudian lakukan penimbangan dan catat (A).

7.1.4 Masukkan contoh basah ke dalam cawan petri dan ratakan dengan menggunakan sendok plastik, kemudian timbang berat contoh basah dan cawan petri (B). Tutup cawan petri dengan alumunium foil dan keringkan dalam oven selama 18 jam pada suhu 103°C $\pm$ 1°C.

7.1.5 Setelah contoh menjadi kering, dinginkan dalam desikator selama 30 menit. Lakukan penimbangan dan hitung kadar air (C).

7.1.6 Contoh yang telah ditetapkan kadar airnya, diblender sampai halus dan simpan contoh di dalam botol *polypropylene.*

7.2 Tahap digesti dan pembacaan pada AAS

7.2.1 Siapkan cawan porselen bertutup dan buka separuh permukaannya untuk meminimalkan kontaminasi dari debu selama pengeringan. Keringkan di dalam oven pada suhu 103°C $\pm$ 1°C selama 2 jam.

7.2.2 Setelah kering dinginkan cawan dalam desikator selama 30 menit, kemudian lakukan penimbangan dan catat.

7.2.3 Timbang produk basah yang dikeringkan (butir 7.1.6) sebanyak 0,5 gram dan catat (Wd) atau produk kering (butir 6.1) sebanyak 0,5 gram dan catat (W).

7.2.4 Untuk kontrol positip (*spiked*), tambahkan 0,25 ml larutan standar kadmium 1 mg/l ke dalam contoh sebelum dimasukkan ke tungku pengabuan.

7.2.5 Uapkan *spiked* diatas *Hot plate* sampai kering pada suhu 100°C.

7.2.6 Masukkan contoh dan *spiked* ke dalam tungku pengabuan dan tutup separuh permukaannya. Naikkan suhu tungku pengabuan secara bertahap 100°C setiap 30 menit sampai mencapai 450°C dan pertahankan selama 18 jam.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

7.2.7 Keluarkan contoh dan *spiked* dari tungku pengabuan dan dinginkan pada suhu kamar. Setelah dingin tambahkan 1 ml HNO_3 65%, goyangkan secara hati-hati sehingga semua abu terlarut dalam asam dan selanjutnya uapkan diatas *Hot plate* pada suhu 100°C sampai kering.

7.2.8 Setelah kering masukkan kembali contoh dan *spiked* ke dalam tungku pengabuan. Naikkan suhu secara bertahap 100°C setiap 30 menit sampai mencapai 450°C dan pertahankan selama 3 jam.

7.2.9 Setelah abu terbentuk sempurna berwarna putih, dinginkan contoh dan *spiked* pada suhu ruang. Tambahkan 5 ml HCl 6M ke dalam masing-masing contoh dan *spiked*, goyangkan secara hati-hati sehingga semua abu larut dalam asam. Uapkan diatas *Hot plate* pada suhu 100°C sampai kering.

7.2.10 Tambahkan 10 ml HNO_3 0,1M dan dinginkan pada suhu ruang selama 1 jam, pindahkan larutan ke dalam labu takar 50 ml (*polypropylene*). Tepatkan sampai tanda batas dengan menggunakan HNO_3 0,1M.

7.2.11 Siapkan larutan standar minimal 3 (tiga) titik konsentrasi (2 µg/l, 5 µg/l dan 10 µg/l).

7.2.12 Baca larutan standar, contoh dan *spiked* pada alat spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

7.2.13 Tentukan konsentrasi contoh berdasarkan kurva kalibrasi.

8 Perhitungan

8.1 Produk basah yang dikeringkan.

8.1.1 Kadar air (%) $= \dfrac{B - C \times 100\%}{(B - A)}$

dengan :
A adalah berat cawan petri kosong (g)
B adalah berat cawan petri + contoh basah (g)
C adalah berat cawan petri + contoh setelah dikeringkan (g)

8.1.2 Mengubah berat contoh kering ke berat basah:

$$Ww = \frac{Wd \times 100\ \%}{(100\ \% - \text{Kadar air (\%)})}$$

dengan:
Ww adalah berat basah contoh (g)
Wd adalah berat contoh kering (g)

8.1.3 Kadar kadmium µg/g $= \dfrac{(D - E) \times Fp \times V\ (ml) \times \frac{1\lambda}{1000\ ml}}{Ww}$

dengan :
D adalah kadar contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS
E adalah kadar blanko contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS
V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml)
Fp adalah faktor pengenceran
Ww adalah berat basah contoh (g)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

8.2 Produk kering

8.2.1 Kadar kadmium µg/g $= \dfrac{(D - E) \times Fp \times V\,(ml) \times \dfrac{1\lambda}{1000\ ml}}{Ww}$

dengan :
D adalah kadar contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS
E adalah kadar blanko contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS
W adalah berat contoh (g)
V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml)
Fp adalah faktor pengenceran

CATATAN 1 Jika hasil pembacaan kadar contoh dan *spiked* pada AAS lebih tinggi dari konsentrasi larutan standar yang digunakan, maka lakukan pengenceran.

CATATAN 2 µg/g setara dengan mg/kg.

9 Pelaporan

a) Jika angka desimal kurang dari 5 (lima) maka pembulatan ke bawah, tetapi bila lebih dari 5 (lima) pembulatan ke atas.

CONTOH :
14,454 dibulatkan menjadi 14,45
14,466 dibulatkan menjadi 14,47

b) Jika angka ke tiga di belakang koma 5 (lima), dan angka kedua genap, maka angka lima tersebut menjadi hilang tetapi bila angka kedua ganjil maka pembulatan ke atas.

CONTOH :
14,765 dibulatkan menjadi 14,76
14,475 dibulatkan menjadi 14,48

10 Keamanan dan keselamatan kerja

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan analisa maka perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut:

a) Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan analisa;
b) Gunakan jas laboratorium dan masker selama bekerja;
c) Pastikan blower lemari asam dan blower AAS berfungsi dengan baik;
d) Pastikan aliran gas ditutup kembali setelah selesai analisa;
e) Untuk menjaga kesehatan (mengantisipasi toxisitas) analis diperlukan minum susu tiap hari.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Determination of Metals in Foods by Atomic Absorption Spectrophotometry after Dry Ashing : NMKL *Collaborative Study*. Journal of AOAC International 2000,Vol 83, no. 5, pp 1204 - 1211

Official Methods Of Analysis AOAC International 2000, 17 th Ed 2000. Volume I. Chapter 9 p 19 – 22

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id